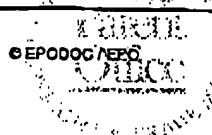


none

none

none



B3

PN - DD203394 A 19831019  
PD - 1983-10-19  
PR - DD19810234128 19811016  
OPD - 1981-10-16  
IN - HERRMANN CHRISTHART (DD); JUGELT PETER (DD)  
PA - MAI EDELSTAHL (DD)  
IC - G01N23/20

© WPI / DERWENT

TI - Non-destructive testing phase analyser with polychromatic X-ray source - and semiconductor receiver moving over investigated surface at defined distance

PR - DD19810234128 19811016

PN - DD203394 A 19831019 DW198407 008pp

PA - (EDEL-N) VEB EDELSTAHLWERK8 MAI

IC - G01N23/20

IN - HERRMANN C; JUGELT P

AB - DD-203394 Energy-dispersive phase analyser esp. for non-destructive testing of large objects, operates by energy-dispersive X-ray polycrystal diffractometry. The measuring device consists of a polychromatic X-ray source, collimators and a high-resolution semiconductor measuring head. All these are moved as an assembly at a defined distance relative to the surface of the object under test.  
- Pref. X-ray tubes or radionuclide bremsstrahlung sources are used for the polychromatic radiation. Preferably also, a multichannel or multiple channel analyser for the pulse level analysis is used, the channels of which are associated with specific reflexes of the phases to be analysed.  
- Arrangement shown indicates the testing of a large cold roll. 0/1)

OPD - 1981-10-16

AN - 1984-037436 [07]

none

none

none

(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes  
zum Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

203 394

ISSN 0433-6461

(11)

Int.Cl.<sup>3</sup>

3(51) G 01 N 23/20

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N/ 2341 288

(22) 16.10.81

(44) 19.10.83

(71) VEB EDELSTAHLWERK 8.MAI 1945 FREITAL IM VEB ROHRKOMBINAT;DD;  
(72) JUGELT, PETER, DR. RER. NAT.; HERRMANN, CHRISTHART, DR.-ING.; DD;  
(73) siehe (72)  
(74) ERICH POKORNY IM VEB EDELSTAHLWERK 8.MAI 1945 FREITAL 8210 FREITAL  
HUETTENSTRASSE 1

(54) ENERGIEDISPERSIVER PHASENALYSATOR ZUR ZERSTÖRUNGSFREIEN PRÜFUNG DER  
OBERFLÄCHENSCHICHT GROSSER WERKSTÜCKE

(57) Ziel der Erfindung ist es, das Einsatzgebiet der energiedispersiven Röntgen-Polykristalldiffraktometrie für die qualitative und quantitative Phasenanalyse auf große Probekörper, speziell auf Kaltwalzen zum Zweck der zerstörungsfreien Bestimmung des Restaustenitgehaltes, zu erweitern. Erfindungsgemäß werden die für die energiedispersive Röntgendiffraktometrie erforderlichen Funktionselemente miteinander und mit einer Transporteinrichtung dergestalt kombiniert, daß ein transportables Diffraktometer entsteht, das den Probekörper in dessen räumlicher Ausdehnung durch eine Relativbewegung Probekörper-Diffraktometer in einem kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Meßprozeß abzutasten in der Lage ist. Die Positionierung des Strahlführungssystems bezüglich der Oberfläche des Probekörpers erfolgt durch dafür geeignete Funktionselemente der Transporteinrichtung, wie Rollen oder Kugeln. Figur

c

- 1 - 234128 8

Anmelder: VEB Edelstahlwerk 8.Mai 1945 Freital  
8210 Freital, Hüttenstraße 1

**Energiedispersiver Phasenanalysator zur zerstörungsfreien  
Prüfung der Oberflächenschicht großer Werkstücke**

**Anwendungsgebiet der Erfindung**

Die Erfindung bezieht sich auf die Bestimmung der Art und der Mengenanteile kristalliner Phasen (qualitative und quantitative Phasenanalyse) in Oberflächenschichten ausgedehnter Prüfkörper, insbesondere von Kaltwalzen, mittels eines Phasenanalysators nach dem Prinzip der energiedispersiven Röntgen-Polykristalldiffraktometrie.

**Charakteristik der bekannten technischen Lösungen**

Bekannt ist der Einsatz der winkeldispersiven Röntgen-Polykristalldiffraktometrie zur qualitativen und quantitativen Phasenanalyse, wobei durch definierte Drehung von Probe und Detektor die bei Verwendung monochromatischer Röntgenstrahlung im zeitlichen Nacheinander entstehenden Reflexe registriert werden. Eine solche Anordnung kann auf die zerstörungsfreie Prüfung ausgedehnter Prüfkörper-Oberflächen praktisch nicht angewendet werden, da sie einerseits auf Grund der sequentiellen Messung zeitaufwendig ist und andererseits hohe Genauigkeitsforderungen an die Positionierung des Probekörpers relativ zum Strahlengang stellt. Eine Möglichkeit, die winkeldispersive Röntgen-Polykristalldiffraktometrie zur simultanen Analyse mehrerer Reflexe auszunutzen, bietet jene bekannte Anordnung, bei der für jeden Reflex ein gesonderter Analysatorkanal ~ bestehend aus Strahlführungssystem und Detektor ~ zur Verfügung steht, wobei der Beugungswinkel für jeden Reflex spezifisch und fest eingestellt ist. Auch diese Anordnung ist auf Grund der geforderten hohen mechanischen Stabilität und des hohen Aufwandes für Phasenanalysen an ausgedehnten Prüfkörpern ungeeignet.

Fotografische Verfahren, die eine simultane Registrierung der Reflexe erlauben, eignen sich für quantitative Analysen wenig. Dies gilt insbesondere für Rückstrahlverfahren, deren Vorzug darin besteht, auch große Prüfkörper untersuchen zu können.

Bekannt sind weiterhin spezielle Verfahren zur Restaustenitbestimmung in Stahl, wie die Mössbauer-Spektrometrie und die Ausnutzung der unterschiedlichen magnetischen Eigenschaften der  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Phase des Eisens. Auch diese beiden Verfahren, obwohl bereits von vornherein nur für die Restaustenitbestimmung geeignet, erfüllen die Anforderungen der Phasenanalyse ausgedehnter Prüfkörper-Oberflächen nicht.

Die energiedispersive Röntgen-Polykristalldiffraktometrie vereint in sich Vorteile der winkeldispersiven Polykristall-diffraktometrie und fotografischer Verfahren, indem sie die simultane Erfassung mehrerer Reflexe mit einem einzigen feststehend angeordneten Detektor sowie eine rationelle Auswertung des Reflexdiagramms zum Zwecke der quantitativen Phasenanalyse durch unmittelbare Kopplung des Meßgerätes mit elektronischer Rechentechnik erlaubt.

Im Gegensatz zum herkömmlichen winkeldispersiven Verfahren findet bei der energiedispersiven Röntgen-Polykristall-diffraktometrie polychromatische Röntgenstrahlung Verwendung. Bei fest eingestelltem Inzidenzwinkel  $\theta$  besteht auf Grund der BRAGG'schen Gleichung

$$E = \frac{h \cdot c}{2 \cdot d \cdot \sin \theta}$$

( $h$  = Planck'sches Wirkungsquantum,  $c$  = Lichtgeschwindigkeit) ein Zusammenhang zwischen der Photonenenergie  $E$  der unter einem Winkel  $2\theta$  gebeugten Strahlung und dem Abstand  $d$  der beugenden Netzebenen. Die Spektrometrie der gebeugten Röntgenstrahlung ermöglicht die qualitative und quantitative Phasenanalyse. Dieses Prinzip wurde von BRUGGER vorgeschlagen und von GIJSEN und GORDON erstmals experimentell realisiert. Diese und weitere Arbeiten zur energiedispersiven Röntgen-Polykristalldiffraktometrie verwenden Proben kleiner Abmessungen, wie sie auch bei winkeldispersiven Verfahren

zum Einsatz kommen. Damit ist jedoch z.B. eine Bestimmung des die Qualität schwarzmetallurgischer Erzeugnisse bestimmenden Restaustenitgehaltes nur über Probenahme und damit durch Zerstörung des Analysengutes möglich.

5 Bekannt ist ferner aus der DE OS 28 17 742 ein Verfahren zur zerstörungsfreien Bestimmung von texturabhängigen technologischen Kennwerten an Fein- und Feinstblechen nach dem Prinzip der energiedispersiven Diffraktometrie. Es dient jedoch nicht der Phasenanalyse und kann nicht auf Probekörper mit Dicken über wenigen Millimetern angewendet werden.

10

#### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die zerstörungsfreie qualitative und quantitative Phasenanalyse der Oberfläche größerer Prüfkörper zu ermöglichen.

#### 15 Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das Einsatzgebiet der energiedispersiven Röntgen-Polykristalldiffraktometrie in Rückstreu geometrie auf die zerstörungsfreie qualitative und quantitative Phasenanalyse an Oberflächen großer Probekörper auszudehnen.

20 Erfindungsgemäß werden die für die energiedispersive Röntgendiffraktometrie erforderlichen Funktionselemente, wie die Quelle polychromatischer Röntgenstrahlung, das Strahlführungssystem, z.B. SOLLER-Kollimatoren, und das Halbleiterdetektorspektrometer, miteinander und mit einer Transporteinrichtung dergestalt kombiniert, daß ein transportables Diffraktometer entsteht, das den Probekörper in dessen räumlicher Ausdehnung durch eine Relativbewegung Probekörper - Diffraktometer in einem kontinuierlichen Meßprozeß abzutasten in der Lage ist. Erfindungsgemäß können dazu als tr ansportable Strahlungsquellen Röntgenröhren bzw. Bremsstrahlungsquellen auf der Basis von Radionukliden eingesetzt werden.

25 Erfindungsgemäß erfolgt die Spektrometrie der unter dem fest eingestellten Winkel  $2\delta$  gebeugten Röntgenstrahlung mit einem hochauflösenden Halbleiterdetektor (Si(Li)-Detektor,

Detektor aus neutronendotiertem Silizium, Ge(Li)-Detektor, Ge-HP-Detektor, HgJ<sub>2</sub>-Detektor, CdTe-Detektor). Die am Ausgang der Detektor-Vorverstärker-Einheit entstehenden Impulse werden einem Hauptverstärker zugeleitet und anschließend 5 einer elektronischen Impulshöhenanalyse unterzogen. Erfindungsgemäß kann anstelle der bisher üblichen Vielkanalanalysatoren auch ein Mehrkanalanalysator eingesetzt werden, dessen einzelne in ihrer Einstellung konstante Impulshöhen-Analysatorkanäle jeweils einem ausgewählten Reflex 10 zugeordnet werden.

Erfindungsgemäß bilden die in den einzelnen Analyseatorkanälen akkumulierten Impulszahlen die Grundlage für die Ermittlung der Mengenanteile der interessierenden Phasen. Die Berechnung der Mengenanteile erfolgt mit einem elektro 15 nischen Rechner.

Erfindungsgemäß erfolgt eine Ermittlung der Tiefenverteilung der Phasenzusammensetzung durch Auswertung mehrerer zu einer Phase gehörenden Reflexe. Diese Möglichkeit begründet sich auf dem Umstand, daß die zu einer Phase gehörenden Reflexe 20 bei der energiedispersiven Röntgendiffraktometrie durch Strahlung unterschiedlicher Energien gebildet werden. Mit wachsender Energie der die Reflexe bildenden Strahlung wächst bei konstantem Beugungswinkel die Tiefe des Probenvolumens, das zur Bildung des betreffenden Reflexes bei 25 trägt. Erfindungsgemäß wird deshalb polychromatische Röntgenstrahlung aus einem möglichst breiten Energiebereich verwendet. Dafür sind besonders Röntgengeneratoren mit hohen Anregungsspannungen (100 bis 200 kV) bzw. Radionuklid-Bremsstrahlungsquellen geeignet.

### 30 Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden, das die Prüfung der Oberfläche großer Kaltwalzen auf Restaustenit zum Ziel hat. Der Prüfling 3 ist um seine Längsachse 10 drehbar gelagert. Während 35 der Messung kann er für den Fall einer Punktanalyse arretiert werden.

Als polychromatische Röntgenstrahlung findet das Bremspektrum einer Röntgenröhre 2 Verwendung, die an die Hochspan-

- 5 - 234128 8

nungsquelle 1 angeschlossen ist. Die Registrierung der Röntgenstrahlung, die am Prüfling abgebeugt wird, erfolgt mit einem Halbleiterdetektor-Meßkopf 4, bestehend aus Halbleiterdetektor, Kryostat und Vorverstärker. Der Halbleiterdetektor wird über die Hochspannungsquelle 11 versorgt. Der Strahlengang ist quell- und detektorseitig durch SOLLER-Kollimatoren 8;9 fixiert.

Die von dem Halbleiterdetektor-Meßkopf 4 erzeugten Spannungsimpulse werden über einen Hauptverstärker 5 dem Mehrkanalanalysator 6 zugeführt, der in den vorher festgelegten Impulshöhen-Analysatorkanälen eine simultane Registrierung der Impulse durchführt. Nach Abschluß einer Messung werden die in den Analysatorkanälen akkumulierten Impulszahlen einem Mikrorechner 7 zugeführt, der nach einem vorgegebenen Algorithmus den Restaustenitgehalt im untersuchten Oberflächenbereich ermittelt.

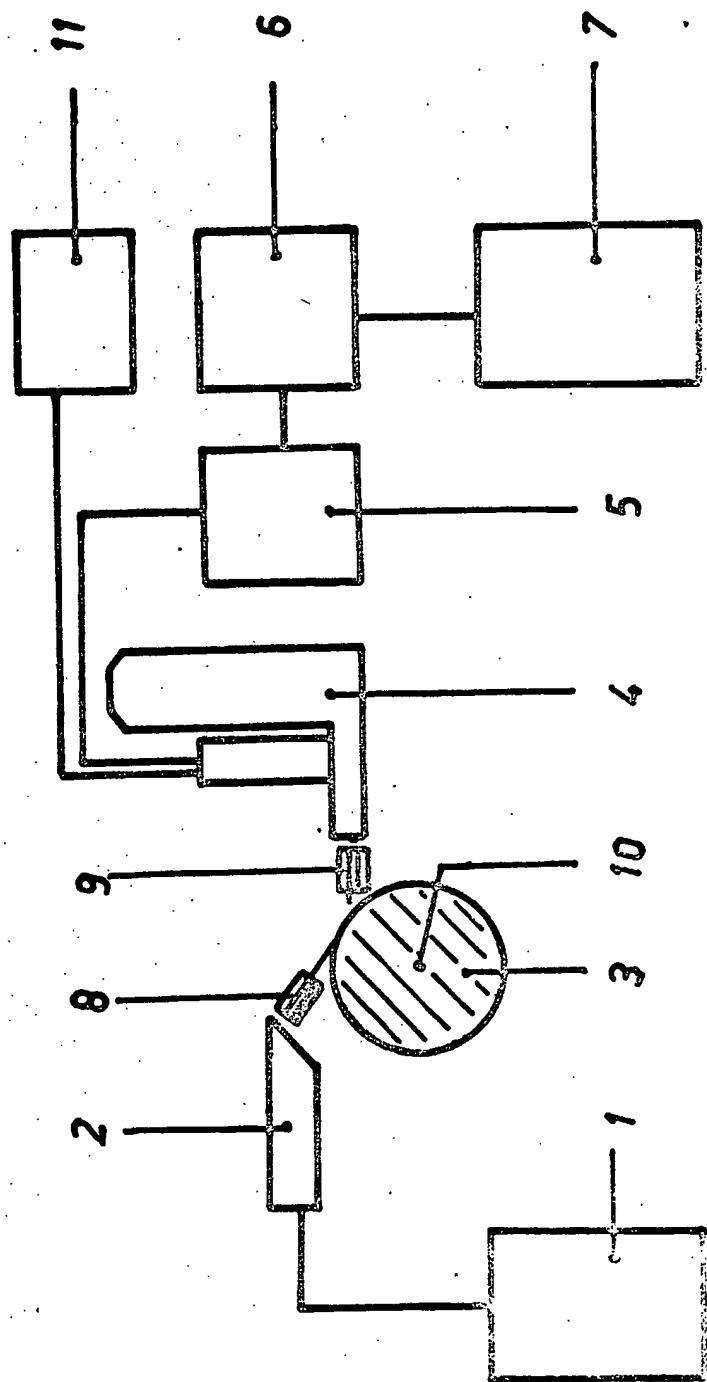
Durch Drehen der Walze bzw. durch Längsverschieben der Meßeinrichtung kann die Restaustenitbestimmung an weiteren ausgewählten Oberflächenbereichen nach diesem Verfahren durchgeführt werden.

Erfindungsanspruch

1. Energiedispersiver Phasenanalysator zur zerstörungsfreien qualitativen und quantitativen Phasenanalyse mittels energiedispersiver Röntgen-Polykristalldiffraktometrie, gekennzeichnet dadurch, daß die Meßeinrichtung, die aus einer Quelle polychromatischer Röntgenstrahlung, einem hochauflösenden Halbleiterdetektor-Meßkopf und einem den Strahlengang fixierenden Kollimatorsystem besteht, über die zu untersuchende Oberfläche in definierter Abstand geführt wird.
- 10 2. Anordnung nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß als Quelle polychromatischer Röntgenstrahlung Röntgenröhren oder Radionuklid-Bremsstrahlungsquellen eingesetzt werden.
- 15 3. Anordnung nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß zur Impulshöhenanalyse entweder ein Vielkanalanalysator oder ein Mehrkanalanalysator verwendet wird, dessen einzelne Analysatorkanäle bestimmten Reflexen der zu analysierenden Phasen zugeordnet werden.
- 20 4. Anordnung nach den Punkten 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Meßeinrichtung zur zerstörungsfreien Bestimmung der Gehalte an kristallinen Phasen in Oberflächen großer Prüfkörper angewendet wird.
- 25 5. Anordnung nach den Punkten 1 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß die Energieabhängigkeit der zu einer Phase gehörenden Reflexe zur Ermittlung der Tiefenverteilung der Phasenzusammensetzung ausgenutzt wird.
- 30 6. Anordnung nach den Punkten 1 bis 5, gekennzeichnet dadurch, daß die Auswertung der in den einzelnen Analysatorkanälen akkumulierten Impulszahlen zum Zwecke der quantitativen Phasenanalyse mit einem elektronischen Rechner erfolgt.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

111EE1982\*069751 -7- 234128 R



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER: \_\_\_\_\_**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**